

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-290837

(P2004-290837A)

(43) 公開日 平成16年10月21日(2004.10.21)

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
B02C 7/175	B02C 7/175	4D063
B01F 11/00	B01F 11/00	4G036
B01F 15/02	B01F 15/02	4G037
// H01B 1/22	H01B 1/22	5G301
H01B 13/00	H01B 13/00	5G333
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 11 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願2003-87227 (P2003-87227)

(22) 出願日 平成15年3月27日 (2003.3.27)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 橋 邦彦

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 柳本 秋男

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 井戸 英夫

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

Fターム(参考) 4D063 FF13 FF21 GA02 GA05 GA10

GB05 GC01 GC21

4G036 AB04

最終頁に続く

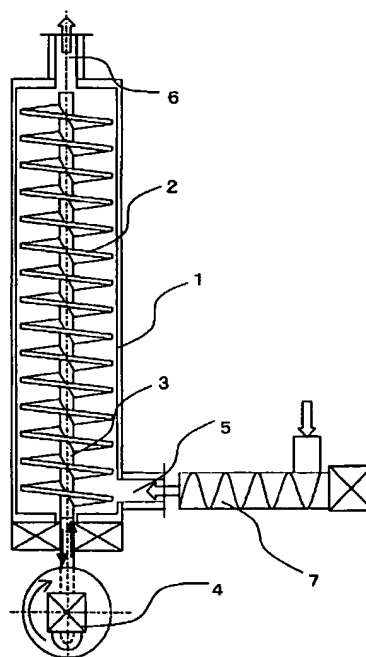
(54) 【発明の名称】 無機粉末含有ペーストの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 異物量が少なく、短い処理時間で、分散性の優れたペーストを提供する。

【解決手段】 円筒容器の一方にペースト供給口を有し、円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機を用いてペーストの処理を行う無機粉末含有ペーストの製造方法であって、該ペーストと分散機の接触部がセラミック材で作製またはコーティングされていることを特徴とする無機粉末含有ペーストの製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

円筒容器の一部にペースト供給口を有し、円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機を用いて処理を行う無機粉末含有ペーストの製造方法であって、該ペーストと分散機の接触部がセラミック材で作製またはコーティングされていることを特徴とする無機粉末含有ペーストの製造方法。

【請求項 2】

ペースト供給口に、無脈動定量ポンプを用いてペーストを供給することを特徴とする請求項 1 記載の無機粉末含有ペーストの製造方法。

【請求項 3】

ペースト中の無機粉末の含有量が 35～95 重量%の範囲であることを特徴とする請求項 1 または 2 のいずれかに記載の無機粉末含有ペーストの製造方法。

【請求項 4】

無機粉末が、ガラス、蛍光体、金属から選ばれる少なくともいずれか 1 種であることを特徴とする請求項 1～3 の何れかに記載の無機粉末含有ペーストの製造方法。

【請求項 5】

無機粉末含有ペーストが不飽和二重結合を有する化合物を含むことを特徴とする請求項 1～4 の何れかに記載の無機粉末含有ペーストの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、無機粉末含有ペーストの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

薄型・大型テレビに使用できるディスプレイとして、プラズマディスプレイパネル（以下、PDP と略す）が注目されている。PDP は、例えば、表示面となる前面板側のガラス基板には、対をなす複数のサステイン電極が銀やクロム、アルミニウム、ニッケル等の材料で形成されている。さらにサステイン電極を被覆してガラスを主成分とする誘電体層が 20～50 μm 厚みで形成され、誘電体層を被覆して MgO 層が形成されている。一方、背面板側のガラス基板には、複数のアドレス電極がストライプ状に形成され、アドレス電極を被覆してガラスを主成分とする誘電体層が形成されている。誘電体層上に放電セルを仕切るための隔壁が形成され、隔壁と誘電体層で形成された放電空間内に蛍光体層が形成されてなる。フルカラー表示が可能な PDP においては、蛍光体層は、RGB の各色に発光するものにより構成される。前面板側のガラス基板のサステイン電極と背面板側のアドレス電極が互いに直交するように、前面板と背面板が封着され、それらの基板の間隙内にヘリウム、ネオン、キセノンなどから構成される希ガスが封入され PDP が形成される。スキャン電極とアドレス電極の交点を中心として画素セルが形成されるので、PDP は複数の画素セルを有し、画像の表示が可能になる。

【0003】

このような電極、誘電体、隔壁、蛍光体層は、通常、金属粉末、ガラス粉末、蛍光体粉末などの無機粉末をバインダー樹脂に分散させたペーストが用いられている。これら無機粉末をバインダー樹脂に分散させる方法としては、従来から 3 本ローラーなどのロールミルが多用されている。

【0004】

しかしながら、3 本ローラーは、装置が開放系で、バッチ式であるために品質、製造コスト、作業環境上、様々な問題があった。例えば、ペーストから溶媒が蒸発することによる作業環境の悪化、粘度が変化するために再度粘度調整を行うなどの工程増加、作業環境からの異物の混入、連続で処理するために 3 本ローラーの前後の工程との連結の困難さ、処理量を多くするためにロールの径を大きくし、ロール長を長くすると、装置が重くなる問題やロールの間隙の不均一に起因する分散不良の問題などである。

【0005】

これら開放系でバッチ式の3本ローラーに代わるものとしてサンドミルがある（例えば、特許文献1参照）。サンドミルは、密閉構造とすることができ、連続処理も可能であるが、PDP用ペーストの分散に用いると粉碎条件のコントロールが難しく、PDP用ペーストの製造に適用するには困難であった。具体的には、例えば、蛍光体粉末の粒径の変化による輝度低下や金属粉末やガラス粉末の粒度分布の変化が起こり、感光性ペーストの感光特性の変化を招いたりする問題などである。また、PDP用ペーストは、無機粉末を多量に含んでいるため、ペースト粘度が数万 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ あり、サンドミルの出口部分に配置されているスクリーンやギャップセパレーターに媒体が集中し、運転ができなくなる問題もあった。

10

【0006】

また、密閉構造とすることができ、連続処理も可能で、分散させる対象材料の物性を痛めにくい分散機として、振動型分散機がある（例えば、特許文献2、特許文献3参照）。振動型分散機は、振動する攪拌羽根による渦流の発生・崩壊の繰り返し現象により分散させるものであるが、研磨性の高い無機粉末を多量に含んでいる場合、攪拌羽根や内壁の摩耗による金属異物が混入するため、PDP用ペーストの製造では適用が困難であった。

【0007】

【特許文献1】

実開平7-7740号公報（第1～4頁）

【0008】

20

【特許文献2】

特開平2-293035号公報（第1～5頁）

【0009】

【特許文献3】

特開平7-51557号公報（第1～6頁）

【0010】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明は、上記従来技術の問題点を鑑みて、高品質で低コストのペーストを提供することを目的とする。

【0011】

30

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するため、本発明は、円筒容器の一方にペースト供給口を有し、円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機を用いてペーストの処理を行う無機粉末含有ペーストの製造方法であって、該ペーストと分散機の接触部がセラミック材で作製またはコーティングされていることを特徴とする無機粉末含有ペーストの製造方法である。

【0012】

【発明の実施の形態】

本発明のペーストの分散に用いる分散機の一例としては、図1に示すような、円筒容器1内に上下振動する螺旋羽根2を持つものである。この円筒容器内壁および螺旋羽根などの接液部がセラミック材で作製またはコーティングされている。このことにより耐摩耗性の向上ができる。セラミック材の具体例としては、ジルコニア、アルミナ、窒化珪素、炭化珪素、窒化アルミ、サイアロン、ジルコニア／アルミナ混合物などが挙げられる。特に、耐摩耗性、低熱伝導率、熱膨張性の観点からジルコニア、サイアロンが好ましい。コーティング方法の具体例としては、皮膜材料に熱を与えて溶融し、数十～数百 μm の大きさの液状微粒子として素材表面に噴霧させ、衝突・扁平させて積み重ねていく溶射が好ましい。溶射の熱源としては、プラズマ、レーザー、アーク、ガスなどが挙げられる。螺旋羽根2は軸部3に取り付けられており、モーターカム機構などの振動部4により接続され軸方向に往復運動する。円筒容器1内に供給されたペーストは螺旋羽根2によって生成される渦により引き伸ばしと折り畳みの作用を受け分散される。また、図1の装置は円筒容器1の一方にペースト供給口5を、他方にペースト吐出口6を備えているため、連続処理が可

40

50

能となり、より好ましい。連続処理の方法としては、ペースト供給口5に無脈動定量ポンプ7を用いてペーストを供給する方法が好ましい。無脈動定量ポンプを用いることで、ペーストの物性を痛めず、分散性の安定したペーストを得ることができる。無脈動定量ポンプに関しても接液部がジルコニア、サイアロンなどのセラミック材で作製またはコーティングされていることが、耐摩耗性を向上できるため好ましい。無脈動ポンプの具体例としては、偏心ネジ式ポンプ、多連式プランジャーポンプ、ダイヤフラム式ポンプ、ロータリー式ポンプなどが挙げられ、粘度の高いペーストを供給するには、偏心ネジ式ポンプ、ダイヤフラム式ポンプが好ましい。

【0013】

本発明におけるペーストは、無機粉末とバインダー樹脂から主として構成される。無機粉末の含有量は、35～95重量%、さらには、40～90重量%であることが焼成時の収縮率が小さく、焼成による形状変化が小さくなり好ましい。ペースト中の無機粉末としては、ガラス粉末、蛍光体粉末、金属粉末などが挙げられる。

【0014】

ガラス粉末は、50～400℃の熱膨張係数が $50 \times 10^{-7} \sim 100 \times 10^{-7}$ であることが好ましい。また、ガラス中に酸化珪素を3～60重量%、酸化硼素を5～50重量%の範囲で配合することによって、電気絶縁性、強度、熱膨張係数、絶縁層の緻密性などの隔壁として要求される電気、機械および熱的特性を向上することができる。本発明におけるガラス粉末としては、主として低融点ガラス粉末からなることが好ましい。低融点ガラス粉末のガラス転移温度は、430～500℃、ガラス軟化点は、470～620℃であることが好ましい。ガラス転移温度とガラス軟化点がこの範囲にあると、焼成時に基板の歪みが小さく、また、緻密な隔壁層が得られる。ガラス粉末の粒子径は、作製しようとする隔壁の線幅や高さを考慮して選ばれるが、体積基準分布の中心径が1～6 μm 、最大粒子サイズが30 μm 以下、比表面積1.5～4 cm^2/g であることが好ましい。

【0015】

蛍光体粉末としては、例えば、赤色では、 $\text{Y}_2\text{O}_3:\text{Eu}$ 、 $\text{YVO}_4:\text{Eu}$ 、 $(\text{Y}, \text{Gd})\text{BO}_3:\text{Eu}$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3\text{S}:\text{Eu}$ 、 $\gamma\text{-Zn}_3(\text{PO}_4)_2:\text{Mn}$ 、 $(\text{ZnCd})\text{S}:\text{Ag}+\text{In}_2\text{O}_3$ などがあげられる。緑色では、 $\text{Zn}_2\text{GeO}_4:\text{Mn}$ 、 $\text{BaAl}_{12}\text{O}_{19}:\text{Mn}$ 、 $\text{Zn}_2\text{SiO}_4:\text{Mn}$ 、 $\text{LaPO}_4:\text{Tb}$ 、 $\text{ZnS}:\text{Cu}$ 、 Al 、 $\text{ZnS}:\text{Au}$ 、 Cu 、 Al 、 $(\text{ZnCd})\text{S}:\text{Cu}$ 、 Al 、 $\text{Zn}_2\text{SiO}_4:\text{Mn}$ 、 As 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ 、 $\text{CeMgAl}_{11}\text{O}_{19}:\text{Tb}$ 、 $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Tb}$ 、 $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Tb}$ 、 $\text{ZnO}:\text{Zn}$ などが挙げられる。青色では、 $\text{Sr}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}:\text{Eu}$ 、 $\text{BaMgAl}_{14}\text{O}_{23}:\text{Eu}$ 、 $\text{BaMgAl}_{16}\text{O}_{27}:\text{Eu}$ 、 $\text{BaMg}_2\text{Al}_{14}\text{O}_{24}:\text{Eu}$ 、 $\text{ZnS}:\text{Ag}+\text{赤色顔料}$ 、 $\text{Y}_2\text{SiO}_3:\text{Ce}$ などが挙げられる。

【0016】

また、トリウム(Tm)、テルビウム(Tb)およびユーロピウム(Eu)からなる群より選ばれた少なくとも1つの元素で、イットリウム(Y)、ガドリウム(Gd)およびルテチウム(Lu)から選ばれた少なくとも1つの母体構成希土類元素を置換したタンタル酸希土類蛍光体を用いることもできる。好ましくは、タンタル酸希土類蛍光体が組成式 $\text{Y}_{1-x}\text{Eu}_x\text{TaO}_4$ (式中、Xは、およそ0.005～0.1である)で表されるユーロピウム付活タンタル酸イットリウム蛍光体である。赤色蛍光体には、ユーロピウム付活タンタル酸イットリウムが好ましく用いられ、緑色蛍光体には、タンタル酸希土類蛍光体が組成式 $\text{Y}_{1-x}\text{Tb}_x\text{TaO}_4$ (式中、Xは、およそ0.001～0.2である)で表されるテルビウム付活タンタル酸イットリウムが好ましく用いられる。また、青色蛍光体には、タンタル酸希土類蛍光体が $\text{Y}_{1-x}\text{Tm}_x\text{TaO}_4$ (式中、Xは、およそ0.001～0.2である)で表されるトリウム付活タンタル酸イットリウムが好ましく用いられる。

【0017】

本発明の蛍光体ペーストに使用される蛍光体粉末は、面積平均径(D_s)が1.0～2.5 μm 、体積基準分布の中心径(D_v)が1.8～4.5 μm 、 D_s/D_v が1.2～2

5であることが好ましく、さらに好ましくは、 D_s が $1.2 \sim 2.3 \mu m$ 、 D_v が $2.0 \sim 4.2 \mu m$ 、 D_s/D_v が $1.3 \sim 2.3$ の範囲内である。 D_s 、 D_v および D_s/D_v がこの範囲にあることで、ペーストの濾過性が向上できるので好ましい。

【0018】

金属粉末としては、 Ag 、 Au 、 Pd 、 Ni 、 Cu 、 Al および Pt の群から選ばれる少なくとも1種を含むものが使用できる。これらは、単独、合金、混合粉末のいずれの状態であっても用いることができる。金属粉末の粒子径としては、体積基準分布の中心径が $0.7 \sim 6 \mu m$ が好ましい。より好ましくは $1.3 \sim 4 \mu m$ である。粒子径がこの範囲にあることで、緻密な微細パターンの形成が可能となる。

【0019】

本発明のペーストにおけるバインダー樹脂は、焼成時に酸化または／および分解または／および気化し、炭化物が無機物中に残存しないことが好ましく、エチルセルロース、メチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテート、セルロースプロピオネート、セルロースブチレート等のセルロース系樹脂、または、メチル（メタ）アクリレート、エチル（メタ）アクリレート、ノルマルブチル（メタ）アクリレート、イソブチル（メタ）アクリレート、イソプロピル（メタ）アクリレート、2-エチルメチル（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート等の重合体もしくは共重合体からなるアクリル樹脂、ポリ- α -メチルスルホン、ポリビニルアルコール、ポリブテン等が好ましく用いられる。本発明のペーストにおけるバインダー樹脂の含有量は、5～65重量%、さらには、10～60重量%であることが好ましい。

【0020】

本発明のペーストのその他の構成成分としては、有機溶剤、可塑剤、酸化防止剤、消泡剤、分散剤、レベリング剤などの添加物成分や耐火物フィラーを挙げることができる。また、特に本発明のペーストを感光性ペーストとして用いる場合には、感光性ポリマー、感光性オリゴマー、感光性モノマーといった感光性成分や光重合開始剤、増感剤、紫外線吸収剤、重合禁止剤などの添加物成分を加えることができる。

【0021】

ペーストを基板に塗布する時の粘度を塗布方法に応じて調整するために有機溶剤が使用される。このとき使用される有機溶剤としては、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、エチレングリコールモノ-2-エチルヘキシルエーテル、ジエチレングリコールモノ-2-エチルヘキシルエーテル、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールモノイソブチレート、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオールジイソブチレート、2-エチル-1, 3-ヘキサンジオール、テルピネオール、ベンジルアルコール、1-ブトキシ-2-プロパン、1, 2-ジアセトキシプロパン、1-メトキシ-2-プロパノール、2-アセトキシ-1-エトキシプロパン、(1, 2-メトキシプロポキシ)-2-プロパノール、(1, 2-エトキシプロポキシ)-2-プロパノール、2-ヒドロキシ-4-メチル-2-ペンタノン、3-メトキシ-3-メチルブチルアセテート、2-メトキシエタノール、2-エトキシエタノール、2-(メトキシメトキシ)エタノール、2-イソプロポキシエタノール、2-ブトキシエタノール、2-(イソペンチルオキシ)エタノール、2-(ヘキシルオキシ)エタノール、2-フェノキシエタノール、2-(ベンジルオキシ)エタノール、ベンジルアルコール、フルフリルアルコール、テトラフルフリルアルコール、2, 2'-ジヒドロキシジエチルエーテル、2-(2-メトキシエトキシ)エタノール、2-[2-(2-メトキシエトキシ)エトキシ]エタノール、2-メチル-1-ブタノール、3-メチル-2-ブタノール、2-メチル-1-ペンタノール、4-メチル-2-ペンタノール、2-エチル-1-ブタノール、2-メトキシエチルアセテート、2-エトキシエチルアセテート、2-ブトキシエチルアセテート、2-フェノキシエチルアセテート、1, 2-ジメトキシエタン、1, 2-ジエトキシエタン、1, 2-ジブトキシエタン、シクロヘキサノン、酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸イソプロピル、酢酸ブチル、1-メチルペンチルアセテート、2-エチルブチルアセテート、2-エチルヘキシルアセテ-

10

20

30

40

50

ト、酢酸シクロヘキシル、酢酸ベンジル、ヘキサン、シクロヘキサン、メチルエチルケトン、２－ペンタノン、３－ペンタノン、２－ヘキサノン、メチルイソブチルケトン、２－ヘプタノン、４－ヘプタノン、ジイソブチルケトンなどが挙げられる。有機溶剤は、用いるバインダー樹脂に対して良溶媒であることが好ましい。更に、溶剤の選定は、溶剤の揮発性と使用するバインダー樹脂の溶解性を主に考慮して選定して選定される。バインダー樹脂に対する溶剤の溶解性が低いと固形分比が同一でも塗工液の粘度が高くなってしまい、塗布特性が悪化するという傾向があるためである。

【００２２】

有機溶剤の含有率は、少なすぎると蛍光体ペーストの粘度が高くなりすぎ隔壁形成材料内の気泡を抜くことが困難となり、レベリング不良により塗布面の平滑性が不良となる傾向がある。反対に多すぎる場合には、分散粒子の沈降が速くなり、蛍光体ペーストの組成を安定化することが困難となったり、乾燥に多大なエネルギーと時間を要する等の問題を生じる傾向があるため、溶剤の好ましい含有率はペースト中に３５～６５ｗｔ％、更に好ましくは、４０～６０ｗｔ％である。耐火物フィラーは、焼成時の形状を安定させるために好ましく添加される。耐火物フィラーとしては、５００～６５０℃程度の焼成温度で軟化しないものが広く使用でき、高融点ガラスやアルミナ、マグネシア、カルシア、コーディエライト、シリカ、ムライト、ジルコン、ジルコニア等のセラミックス粉末が例示できる。ＰＤＰの外光反射を低減し、実用上のコントラストを上げるために隔壁を暗色にする場合には、耐火性の黒色顔料として、 Co-Cr-Fe 、 Co-Mn-Fe 、 Co-Fe-Mn-Al 、 Co-Ni-Cr-Fe 、 Co-Ni-Mn-Cr-Fe 、 Co-Ni-Al-Cr-Fe 、 Co-Mn-Al-Cr-Fe-Si 等の顔料を用いてもよい。一方、蛍光体の発光を有効にパネル前面に導く目的で隔壁を白くする場合には、耐火性の白色顔料としてチタニアなどを用いてもよい。

【００２３】

感光性モノマーとしては、活性な炭素－炭素不飽和二重結合を有する化合物が多く用いられている。官能基として、ビニル基、アリル基、アクリレート基、メタクリレート基、アクリルアミド基を有する単官能および多官能化合物が応用できる。具体的には、２－（２－エトキシエトキシ）エチルアクリレート、１，３－ブタンジオールジアクリレート、ペンタエリスートリアクリレート、ジトリメチロールプロパンテトラアクリレート、シクロヘキシルメタクリレート、エチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリメタクリレート、グリシジルメタクリレートなどが挙げられる。

【００２４】

本発明のペーストを感光性ペーストとして用いる場合には、バインダー樹脂として感光性ポリマーまたは／および感光性オリゴマーを用いるのが好ましい。そのオリゴマーまたはポリマーは、炭素－炭素二重結合を有する化合物から選ばれた成分の重合または共重合により得られる。

【００２５】

不飽和カルボン酸などの不飽和酸を共重合することによって、感光後のアルカリ水溶液での現像性を向上することができる。不飽和カルボン酸の具体的な例として、アクリル酸、メタクリル酸、イタコン酸、クロトン酸、マレイン酸、フマル酸、ビニル酢酸またはこれらの酸無水物などが挙げられる。

【００２６】

こうして得られた側鎖にカルボキシル基などの酸性基を有するポリマーもしくはオリゴマーの酸価は５０～１８０、さらには７０～１４０の範囲が好ましい。

【００２７】

光重合開始剤は、感光性ペーストに対して０．００５～５重量％の範囲で添加するのが、感光特性上好ましい。

【００２８】

本発明のペーストは、各種成分を所定の組成となるように調合した後、プラネタリーミキサー等のミキサーによって予備分散した後、無脈動定量ポンプにより上述の接液部がセラ

ミック材で作製またはコーティングされており上述の円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機にペーストを移送し、分散・混練によって均質に作製する。また、上述の分散機で分散した後に、例えば、コロを用いた分散機（特開平11-197479号公報参照）でさらに分散させるとさらに好ましい。

【0029】

【実施例】

以下に、本発明を実施例により具体的に説明する。ただし、本発明はこれに限定されるものではない。実施例中の濃度（％）は重量％である。

（ペースト組成）

（1）隔壁ペースト

酸化鉛、酸化ホウ素、酸化亜鉛、酸化シリコン、酸化バリウム物質が主成分となるガラスを粉砕した平均粒径 $2\mu\text{m}$ のガラス粉末52％、メチルメタクリレート／メタクリル酸共重合体（重量組成比60／40、重量平均分子量32000）12％、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート12％、ベンゾフェノン1.94％、1,6-ヘキサジオールービス〔（3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル）プロピオネート〕0.05％、有機染料（ベースックブルー7）0.01％、有機溶媒（プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート）22％からなる感光性ペースト。

（2）赤色蛍光体ペースト

(Y, Gd, Eu) BO_3 の平均粒径 $3\mu\text{m}$ の蛍光体粉末35％、エチルセルロース7％、有機溶剤（テルピネオール）58％。

（3）緑色蛍光体ペースト

(Zn, Mn) $_2\text{SiO}_2$ の平均粒径 $2.5\mu\text{m}$ の蛍光体粉末33.5％、エチルセルロース6.5％、有機溶剤（テルピネオール）60％。

（4）青色蛍光体ペースト

(Ba, Eu) $\text{MgAl}_{10}\text{O}_{17}$ の平均粒径 $2\mu\text{m}$ の蛍光体粉末33.5％、エチルセルロース6.5％、有機溶剤（テルピネオール）60％。

（5）誘電体ペースト

軟化点 410°C の平均粒径 $5\mu\text{m}$ のホウケイ酸鉛ガラス80％、エチルセルロース2％、有機溶剤（テルピネオール）18％。

（6）電極ペースト

酸化ビスマス、酸化珪素、酸化硼素、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、酸化アルミニウムからなるガラスを粉砕した平均粒径 $0.8\mu\text{m}$ のガラス粉末3％、メチルメタクリレート／メタクリル酸共重合体（重量組成比60／40、重量平均分子量32000）6％、ジペンタエリスリトールヘキサアクリレート3％、ベンゾフェノン1％、平均粒径 $1.2\mu\text{m}$ のAg粉末74％、有機溶剤（プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート）13％からなる感光性ペースト。

【0030】

（ペーストの評価方法）

（1）粘度

装置：フィールド型の粘度計（ブルックフィールド製、モデルDV-II-I）

測定：回転数3rpm、測定温度 25°C

（2）分散性

装置：グラインドゲージ（エリクセン製、 $0\sim 50\mu\text{m}$ ）

評価：つぶの分布密度を観察し、密集したつぶが現れた箇所を目盛りを読みとった。ただし、密集したつぶの境界線が目盛りと目盛りの間に現れたとき、または2本の溝の数値が異なるときは、数値の大きい方の目盛りを読みとり、3回の測定値の中央値をペーストの分散度とした。

（3）異物量

分散後のペースト20kgを $293\text{mm}\phi$ のディスクフィルター（濾過圧： 0.2MPa 、フィルター：500メッシュ）で濾過した後、フィルターをクリーン容器に入れ、クリ

10

20

30

40

50

ーンアセトンで浸し、超音波洗浄機で30分間洗浄した。洗浄後、その洗浄液を更に25mmφのディスクフィルター（濾過圧：0.05MPa、フィルター：ナイロンネット〔孔径11μm〕）で濾過しフィルター上に残った異物量を精密天秤で測定した。

【0031】

（実施例1～5、比較例1）

各ペーストを所定量計量後、プラネタリーミキサー（井上製作所製）で予備分散した。この時の条件は、30rpmで60分を行った。予備分散終了後、ミキサーの下釜に上釜をセットし、モノポンプ（ヘイシン製）を介して、ポンプの吐出圧を0.1MPaとして円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機にペーストを供給した。実施例1～5は、接液部がセラミック材で作製またはコーティングされているもの、比較例1は、ステンレス材で作製されているもので行った。分散機の運転条件は、振動数20Hz、40Hz、60Hz、ポンプ流量40kg/min、60kg/min、100kg/min、円筒容積を650ccとした。

10

続いて、分散が終了したペーストの濾過を実施した。濾過は、293mmφのディスクフィルター（濾過圧：0.2MPa、フィルター：500メッシュ）で行った。

【0032】

各ペーストの処理量は、20kgとし、20kgの分散処理に要した時間、分散処理後の分散度、粘度、ディスクフィルター上の異物量を測定した結果を表1に示した。

【0033】

（実施例5）

コロを用いた分散機（浅田鉄工製）でさらに分散させた以外は実施例3と同様に行った。コロを用いた分散機の運転条件は回転数を280rpmとした。

20

【0034】

（比較例2～4）

各ペーストを所定量計量後、プラネタリーミキサー（井上製作所製）で予備分散した。この時の条件は、30rpmで60分を行った。予備分散終了後、2リッターのPE容器に小分けし、手投入で3本ローラー（井上製作所）で分散処理を行った。処理条件は、ローラーの回転数を40rpmとした。比較例1では、3本ローラーのパス回数を1回、比較例2では、パス回数を2回、比較例3では、パス回数を3回とした。続いて、分散が終了したペーストの濾過を実施した。濾過は、293mmφのディスクフィルター（濾過圧：0.2MPa、フィルター：500メッシュ）で行った。

30

【0035】

各ペーストの処理量は、20kgとし、20kgの分散処理に要した時間、分散処理後の分散度、粘度、ディスクフィルター上の異物量を測定した結果を表1に示した。

【0036】

【表1】

表1

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
円筒容器容積(cc)	650	650	650	650	650	650	650	-	-	-
振動数(Hz)	40	40	40	60	20	40	40	-	-	-
ポンプ流量(kg/hr)	40	60	100	100	100	100	100	-	-	-
バス回数(回)	1	1	1	1	1	1+コロ分散機	1	1	2	3
振動型分散機溶液部材質	セラミック	セラミック	セラミック	セラミック	セラミック	セラミック	ステンレス	-	-	-
粘度(mPa・s)	23500	23500	24000	23000	25500	22000	24000	27500	30000	33500
分散性(μm)	5	5	5	5	10	3	5	15	10	5
異物量(mg)	14	16	15	10	12	20	42	78	152	312
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	80	170	260
粘度(mPa・s)	61000	61500	61000	59500	62500	58500	61500	68500	70000	73500
分散性(μm)	5	5	5	5	10	3	5	20	15	10
異物量(mg)	15	18	21	15	16	24	54	98	165	324
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	85	180	275
粘度(mPa・s)	41500	41000	41500	40000	42500	39500	41500	46000	47500	49500
分散性(μm)	5	5	5	5	10	3	5	15	10	5
異物量(mg)	16	14	15	18	15	20	42	70	143	276
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	75	155	230
粘度(mPa・s)	60500	60000	60000	59000	62500	58000	61000	65500	71000	74000
分散性(μm)	5	5	5	5	15	3	10	20	15	10
異物量(mg)	18	16	15	18	16	22	54	88	166	333
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	90	180	275
粘度(mPa・s)	59500	59000	59000	58000	61000	56500	59500	64500	71500	75000
分散性(μm)	5	5	5	5	10	3	10	20	15	10
異物量(mg)	12	18	15	14	12	22	50	91	204	355
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	75	155	240
粘度(mPa・s)	53500	53000	53500	51500	54500	51000	53500	58500	63000	65500
分散性(μm)	5	5	5	5	10	3	10	20	15	10
異物量(mg)	18	15	22	20	18	25	48	97	175	286
処理時間(min)	30	20	12	12	12	42	12	70	140	220

実施例 1～5 で得られたペーストは、異物量が少なく、分散性の良好なペーストが短時間で得られた。実施例 6 では、分散性も良好であり、粘度も低下した。

【0038】

比較例 1 では、分散性は良好であったが、異物量が増加した。比較例 2～4 では、各ペースト共に異物量が多く見られた。分散性は、パス回数を増すと良好になったが、異物量およびペースト粘度が増加した。分散性を良好にするには、パス回数は 3 回必要となり、長い処理時間が必要であった。

【0039】

【発明の効果】

接液部がセラミック材で作製またはコーティングされており円筒容器内に上下振動する螺旋羽根を持つ分散機で処理することにより、異物量が少なく、短い処理時間で、分散性の優れたペーストが得られる。

【図面の簡単な説明】

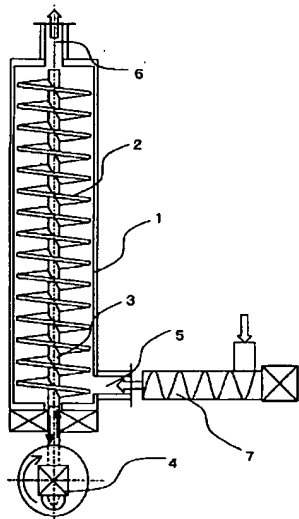
【図 1】本発明で使用する分散機の概略図。

【符号の説明】

- 1－円筒容器
- 2－螺旋羽根
- 3－軸部
- 4－振動部
- 5－ペースト供給口
- 6－ペースト吐出口
- 7－無脈動定量ポンプ

20

【図 1】



フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁷

H 0 1 B 19/00

F I

H 0 1 B 19/00

テーマコード (参考)

Fターム(参考) 4G037 AA02 DA11 EA10

5G301 DA03 DA34 DA42 DD01 DE01

5G333 AB12 CB17 DA03 DA21

DERWENT-ACC-NO:	2004-759615
DERWENT-WEEK:	200540

COPYRIGHT 2005 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Manufacture of inorganic powder-containing paste involves processing paste by disperser having spiral **blade** for carrying out **vibration** in container, and producing contact portion of paste and disperser using ceramic material

PATENT-ASSIGNEE: TORAY IND INC[TORA]

PRIORITY-DATA: 2003JP-0087227 (March 27, 2003)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 2004290837-A	October 21, 2004	N/A	011	B02C 007/175

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2004290837A	N/A	2003JP-0087227	March 27, 2003

INT-CL (IPC): B01F011/00, B01F015/02, B02C007/175

ABSTRACTED-PUB-NO: JP2004290837A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The inorganic powder-containing paste is processed using a disperser having a spiral **blade** (2) for carrying out vertical **vibration** in a cylindrical container (1). A paste supply port (5) is provided at one portion of container. The contact portion of paste and disperser is produced or coated by a ceramic material, and inorganic powder-containing paste is manufactured using the disperser.

DETAILED DESCRIPTION - The inorganic powder is a glass, a fluorescent material and/or a metal.

USE - For manufacturing inorganic powder-containing paste used in manufacturing electrodes and their dielectric coatings, dividing walls, and phosphor layers of a plasma display panel.

ADVANTAGE - The inorganic powder-containing paste having favorable dispersibility is manufactured within a short period of time, and generation of foreign material is suppressed.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a schematic view of disperser.

Cylindrical container 1

Spiral **blade** 2

Axial portion 3

Vibration portion 4

Paste supply port 5

CHOSEN-DRAWING:	Dwg.1/1
TITLE-TERMS:	MANUFACTURE INORGANIC POWDER CONTAIN PASTE PROCESS PASTE DISPERSE SPIRAL BLADE CARRY VIBRATION CONTAINER PRODUCE CONTACT PORTION PASTE DISPERSE CERAMIC MATERIAL

DERWENT-CLASS: A31 A89 P41 V05

CPI-CODES: A11-A03; A12-L03B;
EPI-CODES: V05-A01B; V05-A01C; V05-A01D3; V05-L01B; V05-L02C7A; V05-L03A1;

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:	Polymer Index [1.1] 2004 ; P0000 Polymer Index [1.2] 2004 ; ND01 ; Q9999 Q6791 ; Q9999 Q8322 Q8264 ; K9416
----------------------------	---------------------------------------------------------------------------------------------------------------

SECONDARY-ACC-NO:	
CPI Secondary Accession Numbers:	C2004-266695
Non-CPI Secondary Accession Numbers:	N2004-599931